

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10321451 A**

(43) Date of publication of application: **04 . 12 . 98**

(51) Int. Cl.  
**H01F 41/02**  
**C22C 38/00**  
**H01F 1/053**  
**H01F 1/08**

(21) Application number: **09133205**

(22) Date of filing: **23 . 05 . 97**

(71) Applicant: **HITACHI METALS LTD**

(72) Inventor: **TAKAHASHI MASAHIRO**  
**UCHIDA KIMIO**

(54) **RARE EARTH SINTERED MAGNET  
MANUFACTURING METHOD**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a magnet having reliable, high magnetic characteristics by adding a specified quantity of hydrocarbon lubricant to a coarse powder material and jet-mill pulverizing the material within inert air flow of specified oxygen concentration.

SOLUTION: In a method of manufacturing rare earth sintered magnet comprising pulverizing coarse powdery material for R-Fe-B rare earth sintered magnet (where R is one or more rare earth elements including Y),

pressing it a magnetic field, sintering and subjecting the material to heat treatment, after 0.01 to 0.10 wt.% hydrocarbon lubricant is added to the coarse powder material, the resultant material is pulverized in inert gas air flow of oxygen concentration of 0.005 vol.% or less using jet-mill. Next, the pulverized powder is placed within inert gas and recovered into any or two or more mixture oils from among mineral oil, synthetic oil and vegetable oil to be formed into slurry. Using the slurry, pressing in magnetic field is performed. Subsequently, deoiling, sintering and heat treatment are conducted.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-321451

(43)公開日 平成10年(1998)12月4日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
H 0 1 F 41/02  
C 2 2 C 38/00  
H 0 1 F 1/053  
1/08

識別記号  
3 0 3

F I  
H 0 1 F 41/02  
C 2 2 C 38/00  
H 0 1 F 1/04  
1/08

G  
3 0 3 D  
H  
B

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平9-133205  
(22)出願日 平成9年(1997)5月23日

(71)出願人 000005083  
日立金属株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目1番2号  
(72)発明者 高橋 昌弘  
埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式  
会社磁性材料研究所内  
(72)発明者 内田 公穂  
埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式  
会社磁性材料研究所内

(54)【発明の名称】 希土類焼結磁石の製造方法

(57)【要約】

【課題】 R-F e-B系希土類焼結磁石用原料をジェットミルを用いて低酸素量の微粉に粉碎する際に高い微粉碎効率を得られるようにしたR-F e-B系希土類焼結磁石の製造方法を提供する。また、高いジェットミル微粉碎効率を得られるとともに不可避不純物の含有量を低減し安定して高い磁気特性を得られるようにしたR-F e-B系希土類焼結磁石の製造方法を提供する。

【解決手段】 R-F e-B系希土類焼結磁石用の原料粗粉(RはYを含む希土類元素のうち的一种または二種以上)を微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行う希土類焼結磁石の製造方法において、前記原料粗粉に対して0.01~0.10wt%の炭化水素系潤滑剤を添加した後、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中にてジェットミルを用いて微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行うことを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 R-F e-B系希土類焼結磁石用の原料粗粉（RはYを含む希土類元素のうちの一つまたは二種以上）を微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行う希土類焼結磁石の製造方法において、

前記原料粗粉に対して0.01～0.10wt%の炭化水素系潤滑剤を添加した後、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中にてジェットミルを用いて微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行うことを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 2】 R-F e-B系希土類焼結磁石用の原料粗粉（RはYを含む希土類元素のうちの一つまたは二種以上）を微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行う希土類焼結磁石の製造方法において、

前記原料粗粉に対して炭化水素系潤滑剤を添加した後、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中にてジェットミルを用いて微粉碎し、次いでその微粉碎粉を不活性ガス中において鉱物油、合成油、植物油のいずれかの油中または二種以上の混合油中に回収しスラリーとした後、そのスラリーを用いて磁場中成形し、引き続いて脱油、焼結、熱処理を行うことにより、重量百部率で希土類元素R 27.0～31.0%、B 0.5～2.0%、含有酸素量が0.20%以下、含有炭素量が0.10%以下であり、さらにNb 0.1～2.0%、Al 0.02～2.0%、Co 0.3～5.0%、Ga 0.01～0.5%、Cu 0.01～1.0%のうちの一つまたは二種以上を含有し、残部FeからなるR-F e-B系希土類焼結磁石を得ることを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 3】 前記原料粗粉に対してさらに脂肪酸および/または脂肪酸の誘導体を0.01～0.10wt%添加したことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の希土類焼結磁石の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、R-F e-B系希土類焼結磁石用原料をジェットミルを用いて低酸素量の微粉に粉碎する際に高い微粉碎効率が得られるR-F e-B系希土類焼結磁石の製造方法に関する。また、本発明は、高いジェットミル微粉碎効率が得られるとともに最終的に得られるR-F e-B系希土類焼結磁石の含有酸素量を0.20%以下、含有炭素量を0.10%以下（いずれも重量百部率）とすることで安定して高い磁気特性を有するようにしたR-F e-B系希土類焼結磁石の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 R-F e-B系希土類焼結磁石は、原料金属を溶解し、鋳型に注湯して得られたインゴットあるいはストリップキャスト法によって得られた薄帯インゴットを粉碎、成形、焼結、熱処理、加工して製造され

る。原料合金は、水素吸蔵法あるいは機械的方法等により粗粉碎し、微粉碎に供する粗粉とする。微粉碎は不活性高圧ガス雰囲気中で希土類焼結磁石用の原料粉末粒子同士を衝突させ乾粉を得るジェットミル粉碎法や、ボールミル、振動ミル等を用いて有機溶媒中で希土類焼結磁石用の原料粗粉を微粉碎しその後有機溶媒分を乾燥させて乾粉を得る湿式粉碎法で行われるのが一般的であり、通常1～10μm程度の平均粒径に微粉碎される。微粉碎された粉末は化学的に非常に活性であり、微粉碎以降の過程での酸化が進行し易く、最終的に得られる希土類焼結磁石の含有酸素量が高くなり、磁気不良品の発生原因や高性能化の妨げになっていた。

【0003】 この問題を解決する手段として、例えば特開昭58-157924、特開昭61-114505、特開昭1-303710等々に示されているように、希土類焼結磁石用微粉を有機溶媒中に浸漬して混合物とし、これを湿式成形する方法が提案されている。しかし有機溶媒中の溶存酸素量と水分の影響による混合物中の微粉の酸化の程度が大きく、これらの方法では磁気特性の安定性や微粉原料の長期保存に問題がある。さらに例えば特開昭60-91601には希土類焼結磁石用原料を有機溶媒中で湿式粉碎する方法が開示されているが、粉碎過程で有機溶媒からの酸素や炭素の混入が避けられないなどの欠点がある。

【0004】 以上の問題を解決するために、発明者らは先に溶媒としてR-F e-B系希土類磁石微粉末の酸化の進行を阻止可能な特殊な鉱物油、合成油、植物油等を使用し、酸素濃度が実質的に0%である不活性ガス気流中でジェットミル粉碎した微粉を不活性ガス雰囲気中で大気に接触させずに直接上記特殊油中に回収して希土類磁石微粉末と特殊な鉱物油等からなるスラリーとし、このスラリーを用いて磁場中成形して成形体を得、この成形体を焼結するまで上記特殊油中に保持し酸素と隔離させる低酸素プロセスを提案した（特開平6-322469、特開平7-57914）。この方法によって微粉碎直後から焼結に至る製造工程におけるR-F e-B系希土類焼結磁石用原料微粉、成形体の酸化の進行が阻止されてR-F e-B系希土類焼結磁石の含有酸素量の水準を従来より大幅に低減でき、高い磁気特性のものを安定して得られるようになった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上記方法により、高い磁気特性を有するR-F e-B系希土類焼結磁石の製造が可能となったが、未だ以下のような問題が存在している。すなわち、ジェットミルによる微粉碎工程において微粉の含有酸素量を極力低く抑えるために粉碎媒体である不活性ガス中の酸素濃度を下げて粉碎すると、粉碎作業中にジェットミル粉碎室内壁に希土類焼結磁石用原料微粉の付着（焼き付き）が生じる。この付着は不活性ガス中の酸素濃度を下げるに従い顕著になり、付着が進行

すると粉碎性が低下して行きついには連続粉碎が不可能となり、ジェットミル微粉碎効率（生産性）の著しい低下を招来するという問題があった。したがって、本発明の課題は、 $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石用原料をジェットミルを用いて低酸素量の微粉に粉碎する際に高い微粉碎効率が得られるようにした $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石の製造方法を提供することである。また、本発明の課題は、高いジェットミル微粉碎効率が得られるとともに最終的に得られる $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石の含有酸素量を0.20%以下、含有炭素量を0.10%以下（いずれも重量百部率）、およびこれら不可避不純物の含有量に適合した希土類磁石合金組成とすることで、安定して高い磁気特性を得られるようにした $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石の製造方法を提供することである。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、 $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石用の原料粗粉（ $R$ は $Y$ を含む希土類元素のうち的一种または二種以上）を微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理する希土類焼結磁石の製造方法において、低酸素量のジェットミル微粉末を得るとともに、ジェットミルの粉碎室内への原料の付着（焼き付き）を非常に少なく抑えて高効率で連続的にジェットミル微粉碎可能な条件を鋭意検討した結果、前記原料粗粉に対して炭化水素系潤滑剤を0.01~0.10wt%添加した後（好ましくはさらに脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体を0.01~0.10wt%添加した後）、酸素濃度0.005vol%以下の不活性気流中にてジェットミル微粉碎することが有効なことを見出し、本発明の希土類焼結磁石の製造方法に至ったものである。

【0007】また、本発明は、 $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石用の原料粗粉（ $R$ は $Y$ を含む希土類元素のうち的一种または二種以上）を微粉碎し、以後磁場中成形、焼結、熱処理を行う希土類焼結磁石の製造方法において、前記原料粗粉に対して炭化水素系潤滑剤を添加した後、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中にてジェットミルを用いて微粉碎し、次いでその微粉碎粉を不活性ガス中において鉍物油、合成油、植物油のいずれかの油中または二種以上の混合油中に回収しスラリーとした後、そのスラリーを用いて磁場中成形し、引き続いて脱油、焼結、熱処理を行うことにより、重量百部率で希土類元素 $R$  27.0~31.0%、 $B$  0.5~2.0%、含有酸素量が0.20%以下、含有炭素量が0.10%以下であり、さらに $Nb$  0.1~2.0%、 $Al$  0.02~2.0%、 $Co$  0.3~5.0%、 $Ga$  0.01~0.5%、 $Cu$  0.01~1.0%のうち的一种または二種以上を含有し、残部 $Fe$ からなる $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石を得ることを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法である。本発明では、前記原料粗粉に対して、さらに脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体を

0.01~0.10wt%添加することで、一層のジェットミル微粉碎効率の向上を実現することができる。特に、炭化水素系潤滑剤が上記鉍物油、合成油、植物油中に溶解する性質を有したものである場合は、上記低酸素プロセスの適用下において、油分の除去過程で添加された炭化水素系潤滑剤のうちの相当量が除去されるため、ジェットミルの連続微粉碎性を重視して炭化水素系潤滑剤を0.1wt%を越えて例えば0.11~0.20wt%の範囲で添加しても最終的に $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石に残留する炭素量を重量百部率で0.10%以下とできるので実用性に富むものである。また、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中にてジェットミル微粉碎する手段と、それに続く上記低酸素プロセスにより製造された $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石においては重量百部率で含有酸素量を安定して0.20%以下とすることが容易である。ここで、以降の本明細書において%で表示し補足説明の無いものは全て重量百部率を表すものとする。

【0008】本発明の $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石は公知の希土類一鉄一ホウ素系磁石を対象としているが、酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス気流中におけるジェットミル微粉碎条件と低酸素プロセスとを組み合わせた製造条件では、得られる希土類焼結磁石の低い含有酸素量に対応して高い磁気特性を得るために希土類元素 $R$ の含有量は27.0~31.0%が好ましく、28.0~31.0%がより好ましく、28.5~30.5%が特に好ましい。 $R$ の含有量が27.0%未満では保磁力の減少が顕著であり、31.0%より多い場合には残留磁束密度が顕著に低下するので好ましくない。 $B$ の含有量は0.5~2.0%が好ましく、0.9~1.5%がより好ましく、0.95~1.2%が特に好ましい。 $B$ の含有量が0.5%未満では保磁力の低下が顕著であり、2.0%よりも多い場合には残留磁束密度の低下が顕著となり好ましくない。さらに、 $Fe$ の一部を $Co$ 、 $Al$ 、 $Nb$ 、 $Ga$ 、 $Cu$ の元素のうち少なくとも一種以上で置換することができる。各元素の置換量は、 $Co$ は0.3~5.0%（好ましくは0.5~5.0%）、 $Al$ は0.02~2.0%（好ましくは0.02~0.3%）、 $Ga$ は0.01~0.5%（好ましくは0.02~0.2%）、 $Cu$ は0.01~1.0%（好ましくは0.02~0.2%）であることが高い磁気特性を得るために好ましい。なお、上記組成は最終生成物である $R-F e-B$ 系希土類焼結磁石が対象であり、前記原料粗粉は上記組成外のものも用い得ることは勿論である。

【0009】本発明は従来のような成形性の改善を意図したものでなく、ジェットミル微粉碎時における粉碎室内の原料付着を非常に小さく抑えてジェットミル微粉碎効率を向上するとともに低酸素量の微粉を安定して得ることを目的としたものであるから、炭化水素系潤滑剤ま



たは、炭化水素系潤滑剤と脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体とを必ず微粉碎前の粗粉に添加する。添加のための混合手段法は特に限定されないが、例えばV型混合機、ヘンシエルミキサー等を利用して行う。炭化水素系潤滑剤としては例えば流動パラフィン、天然パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、合成パラフィン、塩素化ナフタリン等が有効であり、上記特殊油中に溶解するものが含有炭素量低減のために好ましい。脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体としては例えばステアリン酸亜鉛等に代表される金属石鹸が有効である。添加する炭化水素系潤滑剤、脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体の形態は特に制約はないが、効率よく均一な添加分散を行うためには粉末状のものが望ましい。炭化水素系潤滑剤の添加量は0.01～0.10%とすることが好ましい。添加量が0.01%未満では付着（焼き付き）抑制効果が十分でなく、添加量が0.10%を超えると希土類焼結磁石の含有炭素量が高くなり易い。また、炭化水素系潤滑剤0.01～0.10%と、脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体を0.01～0.10%複合添加することにより、付着（焼き付き）抑制効果がさらに高められて原料粗粉の流動性が向上し連続してジェットミル微粉碎できる結果、低酸素量の微粉を安定して得ることができる。脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体の添加量が0.01%未満では付着防止、粗粉の流動性のさらなる向上が認められず、0.1%を超えるとその相当量が希土類焼結磁石中に残留し含有炭素量を0.10%以下に維持することが困難となる。なお、本発明では、上記微粉碎粉にさらに成形助剤として公知の潤滑剤を添加してもよい。

【0010】炭化水素系潤滑剤、または炭化水素系潤滑剤と脂肪酸および／または脂肪酸の誘導体とが添加混合された原料粗粉は酸素濃度0.005vol%以下、好ましくは0.002vol%以下の不活性ガス（窒素、Arガス等。）中にてジェットミル微粉碎される。不活性ガス中の酸素濃度が0.005vol%を超えるとジェットミル微粉の含有酸素量の増加率が大きくなるので好ましくない。酸素濃度0.005vol%以下の不活性ガス中にてジェットミル微粉碎された微粉は非常に活性であるので、微粉碎直後から焼結に至るまでの工程を大気から遮断した状態で行う必要があり、本発明ではジェットミル粉碎機から排出される粉碎微粉を不活性ガス中において直接鉱物油、合成油、植物油のいずれかの油中またはこれらの混合油中に回収しスラリー化して取り扱っている。ここで、炭化水素系潤滑剤が上記の特殊な油中に溶解する場合は、スラリー状態において微粉粒子と化学的に結合していない炭化水素系潤滑剤分が油中に溶解し、スラリー濃度調整時や成形時における油分除去の際に油分とともに除去される。したがって、ジェットミル微粉碎効率を重視して炭化水素系潤滑剤を0.10

%を越えて添加する場合にも、最終的に得られる希土類焼結磁石の含有炭素量を0.10%以下とすることが可能である。ジェットミル微粉碎粉は磁場中で成形された後、焼結、熱処理される。鉱物油、合成油、植物油またはこれらの混合油中に回収してスラリーとした場合は、磁場中湿式成形後脱油工程を経て焼結される。この場合の脱油工程は、例えば特開平6-322469、特開平8-88134に開示されるように、真空中あるいは不活性ガス気流中において加熱処理することによって行われる。この脱油処理に加えて、焼結前にさらに特殊な加熱パターンで脱炭素のための熱処理（例えば、水素気流中において行う100～500℃×10分～1時間の加熱処理等。）を施すことによって、残留炭素量を0.1%未満の低い値に低減することも可能である。

【0011】

【発明の実施の形態】以下本発明を実施例によって具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

【0012】（実施例1）Nd22.5%、Pr6.0%、Dy1.5%、B1.0%、Nb0.7%、Ga0.1%、残部Feよりなる希土類磁石合金を水素吸蔵法によって脆化後粗粉碎し、32メッシュの篩を用い、500μmアンダーの粗粉を得た。この粗粉200kgにパラフィンワックスを0.02%添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。原料粗粉を酸素濃度0.001vol%の窒素ガス気流中でジェットミル微粉碎を行い、30分毎に平均粒径を測定し、5.0μmを超えた時点で連続粉碎中止とした。得られた微粉（含有酸素量の平均値は0.195%）を用いて、Arガス雰囲気中で所定の異方性磁場金型を用いて印加磁界13kOe、成形圧1.0トン/cm<sup>2</sup>の成形条件で成形した後、4×10<sup>-4</sup>torrの真空中で1080℃×2時間焼結した。次いで得られた焼結体にArガス雰囲気中で900℃×2時間の熱処理と、550℃×1時間の熱処理とを施し、本発明による希土類焼結磁石を得た。上記ジェットミル微粉碎において粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、得られた希土類焼結磁石を所定形状に加工して測定した磁気特性と含有酸素量および含有炭素量を表1に示す。表1より、実施例1においては付着量が11gと非常に少なく、また連続粉碎量は135kgでありジェットミル微粉碎効率が高いことがわかる。得られたR-F e-B系希土類焼結磁石の含有酸素量は0.200%、含有炭素量は0.044%といずれも低く、20℃で測定した磁気特性はBr=13.6kG、iHc=15.8kOeという高い値である。

【0013】

【表1】

	付着量 (g)	連続粉碎量 (kg)	含有酸素量 (wt%)	含有炭素量 (wt%)	Br (kG)	iHc (kOe)
実施例 1	11	135	0.200	0.044	13.6	15.8
実施例 2	5	>200	0.185	0.048	13.6	15.7
実施例 3	~0	>200	0.180	0.098	13.7	15.0
実施例 4	~0	>200	0.170	0.087	13.8	15.1
比較例 1	42	19	0.430	0.032	13.4	12.3
比較例 2	33	36	0.175	0.062	13.6	15.5
比較例 3	~0	>200	0.190	0.15	13.5	13.8
比較例 4	~0	>200	0.190	0.14	13.5	13.9

【0014】（実施例2）実施例1の粗粉碎後の粗粉にパラフィンワックス0.01%、ステアリン酸亜鉛0.02%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。微粉碎以降は実施例1と同様にして本発明による希土類焼結磁石を得た。さらに、実施例1と同様にして評価した粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を表1に示す。表1より、実施例1に比べて原料付着量、連続微粉碎性がさらに改善されていることがわかる。

【0015】（実施例3）実施例1の粗粉碎後の粗粉にパラフィンワックス0.08%、ステアリン酸亜鉛0.02%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。微粉碎以降は実施例1と同様にして本発明の希土類焼結磁石を得、さらに実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価した結果を表1に示す。表1より、原料付着量がなく、連続粉碎量も200kgを越えており、極めて良好なジェットミル微粉碎効率となっていることがわかる。

【0016】（実施例4）実施例1の粗粉碎後の粗粉にパラフィンワックス0.15%、ステアリン酸亜鉛0.02%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。この原料粗粉を酸素濃度0.0001vol%未満（検出限界以下）の窒素ガス気流中でジェットミル微粉碎を行い、同雰囲気で鉱物油（商品名：出光スーパーゾルPA-30、出光興産製）中に回収してスラリー化した。次に、所定の異方性磁場金型において印加磁界13kOe、成形圧1.0トン/cm<sup>2</sup>の成形条件下で前記スラリーを用いて磁場中成形した。次に、得られた成形体を $3.0 \times 10^{-2}$  torrの真空炉中で200℃×1時間加熱する脱油処理を施した後、引き続いて $4.0 \times 10^{-4}$  torrの条件下で15℃/分の昇温速度で1080℃まで昇温し、1080℃×2時間焼結した。得られた焼結体にArガス雰囲気中で、900℃×2時間と、550℃×1時間の熱処理とを施し、以降は実施例1と同様にして希土類焼結磁石を得、さらに実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価した結果を表1に示す。

表1より、付着量がなくかつ良好なジェットミルの連続微粉碎性を有していることがわかった。さらに、得られた希土類焼結磁石の含有窒素量を分析したところ、含有窒素量は0.02~0.15%内に分布しており、これらのうちの代表的なものを10個選んで10mm×10mm×10mmのブロック形状に加工後、表面に平均膜厚10μmのNiメッキを被覆し、次いでこれらのものを2気圧、120℃、湿度100%の条件に放置する耐食性試験を行ったが、1000時間を経過した段階でいずれにもNiメッキに異常が認められず良好な耐食性を示した。

【0017】（比較例1）実施例1の粗粉碎後の粗粉に炭化水素系潤滑剤、脂肪酸および/または脂肪酸の誘導体を添加することなく、原料粗粉とした。微粉碎以降においてジェットミル微粉碎時の窒素ガス中の酸素濃度を0.015vol%とした以外は実施例1と同様にして希土類焼結磁石を得、さらに実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価した結果を表1に示す。表1より、実施例1に比べて原料付着量が約4倍と多く、連続粉碎量が19kgと非常に小さく連続微粉碎性に劣ることがわかる。また、得られた希土類焼結磁石の含有酸素量が0.430%と高いが、これは上記実施例に比べてジェットミル粉碎室内に微粉碎中途の状態で長時間滞留していたために、微粉碎粉の含有酸素量が異常に高くなったものと考えられる。

【0018】（比較例2）実施例1の粗粉碎後の粗粉にステアリン酸亜鉛0.02%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。ジェットミル微粉碎以降を実施例2と同様にして行い、希土類焼結磁石を得た。さらに、実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価した結果を表1に示す。表1より、パラフィンワックス0.01%とステアリン酸亜鉛0.02%とを複合添加した実施例2に比べて、比較例2では原料付着量が多いとともに連続粉碎量が36kgと少なく、ジェットミル微粉碎効率が悪いことがわかる。また、無添加の比較例1と比較しても、ステアリン酸亜鉛0.02%添加のみの比較例2の付着量の低減および連続微粉碎性の改善が不十分な

ことがわかる。

【0019】（比較例3）実施例1の粗粉碎後の粗粉にパラフィンワックス0.15%、ステアリン酸亜鉛0.02%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。微粉碎以降は実施例1と同様にして希土類焼結磁石を得、さらに実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価した結果を表1に示す。表1より、原料付着量、連続微粉碎性は大幅に改善されているが、上記実施例に比べて希土類焼結磁石の含有炭素量が0.15%と高く、 $iHc$ が13.3kOeという低い値である。

【0020】（比較例4）実施例1の粗粉碎後の粗粉にパラフィンワックス0.01%、ステアリン酸亜鉛0.15%を添加してV型混合機にて混合し、原料粗粉とした。微粉碎以降は実施例4と同様にして希土類焼結磁石を得、さらに実施例1と同様にして粉碎室を形成する部材の微粉碎前後での重量差（原料付着量を示す）、連続粉碎量、磁気特性、含有酸素量および含有炭素量を評価

した結果を表1に示す。表1より原料付着量、連続粉碎性は大幅に改善されているが、この比較例4と同様に微粉碎後の原料微粉を鉍物油中に回収した実施例4に比べて残留炭素量が高く、 $iHc$ が低い。比較例4において炭素量が実施例4より高い主な理由は、上記鉍物油中にパラフィンワックスは溶解するが、ステアリン酸亜鉛は溶解しないためであると判定される。

【0021】

【発明の効果】本発明の希土類焼結磁石の製造方法によれば、R-Fe-B系希土類焼結磁石用原料粗粉を低酸素量の微粉に微粉碎する際に高いジェットミル微粉碎効率を得ることができる。また、本発明によれば、高いジェットミル微粉碎効率を得られるとともに最終的に得られるR-Fe-B系希土類焼結磁石の含有酸素量を0.20%以下、含有炭素量を0.10%以下とし、さらに前記不可避不純物量に適合させた希土類磁石合金組成とすることで高い磁気特性のR-Fe-B系希土類焼結磁石を安定に提供でき、実用性に富んだ極めて有用な発明である。